

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



13 SEP 2004

(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
25. September 2003 (25.09.2003)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 03/078378 A1

(51) Internationale Patentklassifikation⁷: C07C 51/43,
57/04

Bäckerpfad 25, 47805 Krefeld (DE). DEGUSSA AG
[DE/DE]; Bennigsen-Platz 1, 40474 Düsseldorf (DE).

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP03/02753

(72) Erfinder; und

(22) Internationales Anmeldedatum:
17. März 2003 (17.03.2003)

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): NORDHOFF, Stefan
[DE/DE]; Verdistrasse 13, 45657 Recklinghausen (DE).
BALDUF, Torsten [DE/DE]; Oppauer Strasse 10, 45772
Marl (DE). BUB, Günther [DE/DE]; Kampstrasse 97,
45772 Marl (DE). FORNIKA, Roland [DE/DE]; Sebas-
tian-Bach-Strasse 22, 48249 Dülmen (DE). MOSLER,
Jürgen [DE/DE]; Brüsseler Strasse 23, 44577 Cas-
trop-Rauxel (DE). RATHKE, Thomas [DE/US]; 127
Morningside Drive, Mandeville, LA 70448 (US). KOBUS,
Axel [DE/DE]; Gräfin Imma-Strasse 119, 44797 Bochum
(DE). THONG, Dennis [MY/DE]; J.-Brahm-Strasse 63,
45772 Marl (DE).

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

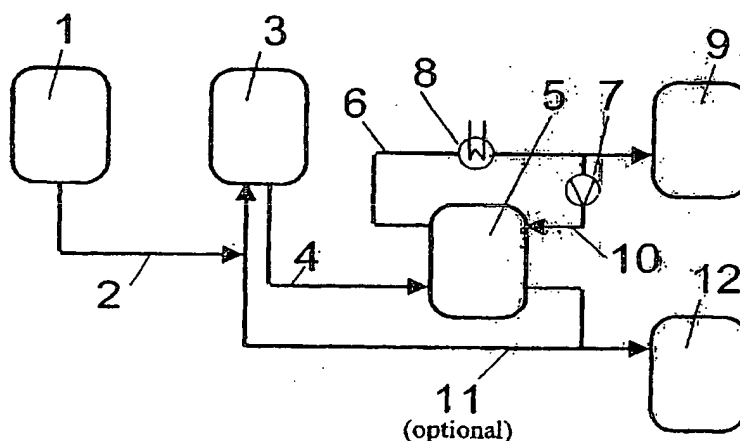
(30) Angaben zur Priorität:
102 11 686.5 15. März 2002 (15.03.2002) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von
US): STOCKHAUSEN GMBH & CO. KG [DE/DE];

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: (METH)ACRYLIC ACID CRYSTAL AND METHOD FOR THE PRODUCTION AND PURIFICATION OF AQUE-
OUS (METH)ACRYLIC ACID

(54) Bezeichnung: (METH)ACRYLSÄUREKRISTALL UND VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG UND AUFRÄINIGUNG
VON WÄSSRIGER (METH)ACRYLSÄURE



(57) Abstract: The invention relates to a method for the purification of a composition comprising (meth)acrylic acid, at least one impurity and water, wherein the composition has a water content ranging from 0.55 to 90, in relation to said composition, in a purified phase, containing (meth)acrylic acid and at least one impurity, whereby in the purified phase the amount of the at least one impurity is less than 7 wt. % in relation to the methacrylic acid in the purified phase, consisting of one stage. The inventive method comprises the following steps: a) (meth)acrylic acid is crystallized out of the composition, forming a solution containing a mother liquor and (meth)acrylic crystals; b) (meth)acrylic acid crystals are separated from the mother liquor; c) at least one part of the separated (meth)acrylic acid crystals is melted to form a melt; and d) one part of the melt is returned to step a) or b). The non-returned part of the melt is provided in the form of a separated (meth)acrylic acid. The invention also relates to a device for the production of pure (meth)acrylic acid, a device for the polymerization of (meth)acrylic acid, (meth)acrylic acid or polymers which can be obtained from said methods, the use thereof and substances containing said (meth)acrylic acid or polymers.

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

WO 03/078378 A1



(74) **Anwalt:** HERZOG, Martin; PATENTANWÄLTE
KAHLHÖFER NEUMANN HERZOG FIESSER, Karl-
strasse 76, 40210 Düsseldorf (DE).

(81) **Bestimmungsstaaten (national):** AE, AG, AL, AM, AT,
AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR,
CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE,
GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR,
KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK,
MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU,
SC, SD, SE, SG, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA,
UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) **Bestimmungsstaaten (regional):** ARIPO-Patent (GH,
GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW),

eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ,
TM), europäisches Patent (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE,
DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL,
PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG,
CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht

*Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen
Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on
Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe
der PCT-Gazette verwiesen.*

(57) **Zusammenfassung:** Die vorliegende Erfindung ist auf Verfahren zur Aufreinigung von einer Zusammensetzung beinhaltend (Meth)Acrylsäure, mindestens eine Verunreinigung und Wasser, wobei die Zusammensetzung einen Wassergehalt im Bereich von 0,55 bis 90, bezogen auf die Zusammensetzung, aufweist zu einer gereinigten Phase, beinhaltend (Meth)Acrylsäure und mindestens eine Verunreinigung, wobei in der gereinigten Phase die Menge an mindestens einer Verunreinigung weniger als 7 Gew.-%, bezogen auf die (Meth)Acrylsäure in der gereinigten Phase, beinhaltet, aufweisend eine Verfahrensstufe, welche folgende Verfahrensschritte umfasst: a) (Meth)Acrylsäure wird aus der Zusammensetzung unter Bildung einer Suspension, beinhaltend eine Mutterlauge und (Meth)Acrylsäurekristalle, auskristallisiert; b) (Meth)Acrylsäurekristalle werden von der Mutterlauge abgetrennt; c) mindestens ein Teil der abgetrennten (Meth)Acrylsäurekristalle wird zu einer Schmelze aufgeschmolzen; und d) ein Teil der Schmelze wird dem Schritt a) oder dem Schritt b) zurückgeführt und wobei der nicht zurückgeführte Teil der Schmelze als eine abgetrennte (Meth)Acrylsäure vorliegt, eine Vorrichtung zur Herstellung von reiner (Meth)Acrylsäure, eine Vorrichtung zur Polymerisation von (Meth)Acrylsäure, (Meth)Acrylsäure bzw. Polymere, erhältlich aus diesen Verfahren, deren Verwendung und diese beinhaltende Stoffe gerichtet.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Patent No.
PCT/EP 2753

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 C07C51/43 C07C57/04

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 C07C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 4 780 568 A (PASCOE RALPH F) 25 October 1988 (1988-10-25) claim 1 column 2, line 33-40	1,9
A	EP 0 616 998 A (SULZER CHEMTECH AG) 28 September 1994 (1994-09-28) cited in the application the whole document	1,9
A	DE 197 40 252 A (BASF AG) 18 March 1999 (1999-03-18) cited in the application the whole document	1,9

☐ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents:

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- *Z* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

11 June 2003

Date of mailing of the international search report

18/06/2003

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Goetz, G

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

Application No
PCT/EP 03/02753

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 4780568	A	25-10-1988	NONE	
EP 0616998	A	28-09-1994	CN 1105014 A , B	12-07-1995
			DE 59400240 D1	05-06-1996
			EP 0616998 A1	28-09-1994
			ES 2086990 T3	01-07-1996
			JP 2958673 B2	06-10-1999
			JP 7048311 A	21-02-1995
			KR 219943 B1	01-09-1999
			US 5504247 A	02-04-1996
DE 19740252	A	18-03-1999	DE 19740252 A1	18-03-1999
			AU 9539198 A	05-04-1999
			BR 9811781 A	12-09-2000
			CA 2303445 A1	25-03-1999
			CN 1275972 T	06-12-2000
			DE 59803651 D1	08-05-2002
			WO 9914181 A1	25-03-1999
			EP 1015410 A1	05-07-2000
			ES 2175794 T3	16-11-2002
			JP 2001516736 T	02-10-2001
			TW 490455 B	11-06-2002
			US 6448439 B1	10-09-2002